

**Cleaning cartridge filter system after filtering polymer melt**

Patent Number: DE19649013  
Publication date: 1998-05-28  
Inventor(s): CERMAK DIETER (DE); STAKALIES KLAUS (DE); TERSI PAUL (DE)  
Applicant(s):: ZIMMER AG (DE)  
Requested Patent: ☐ DE19649013  
Application Number: DE19961049013 19961127  
Priority Number(s): DE19961049013 19961127  
IPC Classification: B29B13/10 ; B29C47/68  
EC Classification: B29C47/08B, B01D29/62  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

A process is claimed for the hydrolytic cleaning of a contaminated filtration system containing several filter cartridges, which has been used for the filtration of polymer melts at a temperature  $t_p$ . The process comprises (a) running off some of the polymer melt left in the system at a temperature from  $(t_p - 10)$  to  $(t_p + 10)$  deg C, (b) hydrolysing the rest of the polymer by continuously passing steam through the system for at least 48 hrs. at a temperature of from  $t_p$  to  $t_p + 35$  deg C and removing the hydrolysis products, and (c) removing any remaining impurities by spraying or washing off with a liquid.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2



1 1

## Description

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur hydrolytischen Reinigung einer verunreinigten, mehrere Filterkerzen enthaltenden und zuvor zur Filtration von Polymerschmelze, insbesondere Polyester-, Polyamid- oder Polycarbonat-Schmelze, benutzten Filtrationsvorrichtung.

Steigende Anforderungen an die Qualität von Polymerprodukten haben die Feinstfiltration der Polymerschmelze zu einer notwendigen Prozessstufe werden lassen. Hierfür werden bekannterweise zylindrische Filterelemente, sogenannte Filterkerzen, aus gefalteten, flexiblen Materialien, wie Metalldrahtgewebe und Metallfaservliese, mit einer Filterfeinheit von je nach Verwendung des Polymers 5 bis 150  $\mu\text{m}$  eingesetzt. Der Durchsatz grosstechnischer Anlagen erfordert eine Vielzahl von Filterkerzen, die entweder zu einem in ein beheiztes Druckgefäß eingesetzten Filterpaket zusammengefasst sind (Chemiefasern/Textilindustrie [Nov. 1989], Seiten 1171-74, sowie Filtration & Separation Vol. 26/1 [1989], Seiten 43-45) oder einzeln in je ein Wärmetauscherrohr eines Rohrbündelwärmetauschers eingesetzt sind (US-Patente 5 456 828 und 5 484 539).

Je nach Häufigkeit von vernetzten oder vercrackten Produkten und gegebenenfalls von Pigment-Agglomeraten in der Polymerschmelze setzt sich die Filterfläche der Filterkerzen allmählich zu, so dass eine Reinigung der Filtrationsvorrichtung und insbesondere der Filterkerzen erforderlich wird. Diese Reinigung erfolgt bekannterweise mit nur mässigem Erfolg durch thermische Oxidation bei Temperaturen von mindestens 420 DEG C oder mit besserem Wirkungsgrad durch thermische Oxidation mit vor- oder nachgeschalteter Wasserdampf-Hydrolyse bei 420 bis 480 DEG C (Proceedings, International Polymer Melt Filtration Conference, Stuttgart/DE, October 29-31, 1996, Seite 94-99). Die für eine ausreichende Reinigung erforderlichen, hohen Temperaturen, die nahe an der thermischen Belastbarkeitsgrenze der Filterkerzen liegen, führen jedoch, insbesondere in Verbindung mit dem zur Oxidation notwendigen Sauerstoff und der dabei zusätzlich freigesetzten Wärme, zu einer vorschnellen Zerstörung der äusserst feinen Metalldrahtgewebe oder Metallfaservliese der Filterkerzen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist daher, ein Verfahren zur Reinigung einer Polymerschmelze-Filtrationsvorrichtung aufzuzeigen, welches eine ausreichende Reinigung bei gleichzeitig längerer Lebensdauer der Filterkerzen, als bei den bekannten Verfahren, gewährleistet. Das Verfahren sollte bei Polyester-, Polyamid- oder Polycarbonat-Schmelze-Filtern anwendbar sein.

Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt erfindungsgemäss durch ein Verfahren gemäss den Angaben der Patentansprüche. Dieses Verfahren zur Reinigung einer zuvor zur Filtration von Polymerschmelze bei der Temperatur  $t_p$  benutzten Filtrationsvorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, dass

- a) ein Teil der in der Filtrationsvorrichtung verbliebenen Polymerschmelze bei einer Temperatur gleich  $t_p - 10$  DEG C bis  $t_p + 10$  DEG C aus der Vorrichtung abgelassen wird,
- b) der restliche Teil der Polymerschmelze mit Hilfe von kontinuierlich zu- und abgeführtem Wasserdampf bei einer Temperatur gleich  $t_p$  bis  $t_p + 35$  DEG C während mindestens 48 h hydrolysiert wird, und die Hydrolyseprodukte aus der Filtrationsvorrichtung ausgetragen werden, und
- c) die danach verbleibenden Verunreinigungen durch Absprühen oder Abspülen mit einer Flüssigkeit entfernt werden.

Das erfindungsgemässe Verfahren ist anwendbar bei mit hydrolysierbaren Polymeren, wie Polyester, insbesondere Polyethylenterephthalat, Polyamide, insbesondere Polyamid -6 oder -6,6, oder Polycarbonat verunreinigten Filtrationsvorrichtungen. Je nach Polymer liegt die Temperatur  $t_p$ , bei der die Filtration der Polymerschmelze erfolgt ist, bei etwa 250 bis 285 DEG C. Bei kontinuierlichen Produktionsanlagen sind üblicherweise zwei gleiche Filtrationsvorrichtungen parallel geschaltet, wobei in der einen Vorrichtung die Filtration durchgeführt wird, während die andere Vorrichtung gereinigt wird. Da die Laufzeit einer Filtrationsvorrichtung bis zur Notwendigkeit einer Reinigung mindestens eine, eher zwei bis drei Wochen beträgt, steht für die Reinigung eine ebenso lange Zeit zur Verfügung, ohne Beeinträchtigung der Produktion.

Die zu reinigende Filtrationsvorrichtung kann während der Reinigung in der Produktionsanlage verbleiben,



5

wobei lediglich durch entsprechende Ventilschaltung oder anderweitige Unterbrechung die Leitungen für die Polymerschmelze-Zufuhr und -Abfuhr abgekoppelt werden. Die Vorrichtung wird in gleicher Weise weiterbeheizt, wie während des Filtrationsvorganges, so dass ein wesentlicher Teil der in der Vorrichtung verbliebenen Polymerschmelze von selbst durch eine entsprechende Bodenöffnung aus der Vorrichtung abfließt. Während des Ablassens sollte die Temperatur der Polymerschmelze nicht wesentlich von der Temperatur, bei der die Filtration ausgeführt wird, abweichen. Vorzugsweise erfolgt das Ablassen unter Inertgas-Atmosphäre, zum Beispiel Stickstoff. Auf diese Weise wird das Filterkerzen-Gewebe vor thermo-oxidativer Schädigung bewahrt und die Bildung schwerer zu hydrolysierender Polymer-Vernetzungsprodukte vermieden. Grundsätzlich sind etwas höhere Temperaturen bis maximal 320 DEG C und/oder das Arbeiten ohne Inertgas-Atmosphäre möglich, aber weniger empfehlenswert. Die Polymerschmelze kann auch mit Gas aus der Vorrichtung herausgedrückt werden.

Nachdem ein wesentlicher Teil der Polymerschmelze aus der Vorrichtung abgelassen wurde, wozu üblicherweise 5 bis 8 h erforderlich sind, und eine eventuelle Inertgas-Zufuhr unterbrochen wurde, beginnt die Hydrolyse des verbliebenen Polymers. Hierzu wird Wasserdampf kontinuierlich durch die bei einer Temperatur gleich  $t_p$  bis  $t_p + 35$  DEG C, maximal 320 DEG C, gehaltene Vorrichtung geleitet. Die hierfür benötigte Dampfmenge ist gering. Es genügt, soviel Wasserdampf zirkulieren zu lassen, dass die Filtrationsvorrichtung vollständig mit Dampf gefüllt ist und stets ein wenig Dampf neben Kondensat aus der Vorrichtung wieder austritt. Beispielsweise kann 6 bar Dampf, der in derartigen Produktionsanlagen meist ohnehin verfügbar ist, entsprechend entspannt werden, vorzugsweise bis auf 100 bis 200 mbar Überdruck, und dann durch die Filtrationsvorrichtung geleitet werden, wobei er sich bis auf Hydrolyse-Temperatur überhitzt. Statt Wasserdampf kann auch ein Gemisch aus Wasserdampf und dem Dampf eines dem Polymer zugrundeliegenden Monomers, beispielsweise bei Polyethylenterephthalat Ethylenglykol, eingesetzt werden. Sicherheitstechnische (Brennbarkeit) und umwelttechnische (Abwasser) Belange sind hierbei aber zu beachten.

Die Hydrolyseprodukte, d. h. die Spaltprodukte des Polymers, wie Oligomere, Monomere und deren Zersetzungsprodukte, werden teils zusammen mit dem Wasserdampf, teils als flüssiges Gemisch zusammen mit dem Kondensat am Boden der Filtrationsvorrichtung ausgetragen.

Überraschenderweise wurde gefunden, dass entgegen bisheriger Kenntnisse für die Hydrolyse Temperaturen von maximal 320 DEG C, vorzugsweise maximal 300 DEG C, und je nach Polymer gleich  $t_p$  bis  $t_p + 35$  DEG C, vorzugsweise gleich  $t_p$  bis  $t_p + 15$  DEG C, völlig ausreichen. Nach einer Hydrolysedauer von mindestens 48 h, vorzugsweise 48 bis 72 h, maximal etwa 150 h, sind die gesamten Polymerrückstände vollständig hydrolysiert. Die verbleibenden Verunreinigungen können danach durch Absprühen oder Abspülen leicht entfernt werden. Eine zusätzliche oxidative Reinigung, wie bei dem Verfahren des Standes der Technik, ist nicht erforderlich und wird mit Rücksicht auf die Lebensdauer des Filterkerzengewebes ausdrücklich ausgeschlossen.

Zum Absprühen oder Abspülen der verbleibenden Verunreinigungen, vorwiegend Mattierungsmittel, Pigmente und vernetztes Polymer, kann jede beliebige Flüssigkeit verwendet werden. Aus Kostengründen und wegen der einfacheren Entsorgung kommt in der Praxis nur Wasser in Betracht. Da die Filterkerzen üblicherweise nach der Reinigung und vor der Wiederverbenutzung einigen Qualitätsprüfungen unterworfen werden und hierfür ausgebaut werden müssen, empfiehlt es sich die Filterkerzen bereits nach der Hydrolysestufe auszubauen und Filtergehäuse und jede einzelne Filterkerze separat abzusprühen oder abzuspülen. Auf diese Weise wird sichergestellt, dass die Filterkerzen schonend und vollständig von Rest-Verunreinigungen befreit werden. Das Absprühen oder Abspülen erfolgt vorzugsweise mit handelsüblichen Hochdruckvorrichtungen. Die danach anhaftende Flüssigkeit wird durch Abblasen oder vorzugsweise durch blosse Lagerung an der Luft entfernt.

Nach Prüfung der Filterkerzen und erneutem Einbau dieser ist die Filtrationsvorrichtung für den Wiedereinsatz zur Polymerschmelze-Filtration bereit.

Besonders geeignet ist das erfindungsgemäße Verfahren für Filtrationsvorrichtungen, wie die im US-Patent 5 456 828 beschriebene. Diese Filtrationsvorrichtung besteht im wesentlichen aus einem Rohrbündelwärmetauscher mit in jedem Wärmetauscherrohr je einer, unter Ausbildung eines Ringspaltes eingesetzten und über eine lösbare Verbindung am oberen Ende befestigten Filterkerze sowie Kanälen für Polymerschmelze-Nebenströme. Um sicherzustellen, dass in diesem Fall auch die lösbare Verbindung (Gewinde oder Bajonett) vollständig gereinigt wird, empfiehlt es sich, diese Verbindung vor der Hydrolysestufe zu lösen und die Filterkerzen lose in die Wärmetauscherrohre einzuhängen.



7

### Beispiel

Eine mit 0,35 Gew.-% Titandioxid mattierte Polyethylenterephthalat-Schmelze (Intrinsic Viskosität 0,65 dl/g) wurde vor Eintritt in eine Schmelzspinnanlage mit Hilfe einer Filtrationsvorrichtung nach US-Patent 5 456 828 mit 37 Filterkerzen (15 mm, Fläche pro Kerze 0,51 m<sup>2</sup>) bei etwa 283 DEG C kontinuierlich filtriert. Nach etwa 2,5wöchiger Betriebszeit wurde eine Reinigung der Filtrationsvorrichtung erforderlich.

Die zu filtrierende Polymerschmelze wurde nun in die saubere, gleichartige, parallele Filtrationsvorrichtung geleitet und die verunreinigte Filtrationsvorrichtung unter Beschleierung mit etwa 100 mbar Überdruck Stickstoff entleert. Die Heizleistung wurde hierbei gegenüber der Filtrationsstufe nicht verändert, so dass sich in der Vorrichtung eine mit fortschreitender Entleerung bis auf etwa 288 DEG C ansteigende Temperatur einstellte.

Nach 8stündiger Entleerung wurde die Stickstoff-Beschleierung abgestellt, der Filterdeckel geöffnet, die Verschraubung der Filterkerzen gelöst, ohne die Filterkerzen zu entnehmen, und danach die Filtrationsvorrichtung wieder verschlossen. Nunmehr wurde von oben nach unten kontinuierlich auf etwa 150 mbar entspannter 6 bar-Wasserdampf durch die Filtrationsvorrichtung geleitet, wobei die Temperatur im Filter etwa 295 DEG C betrug. Die Wasserdampfungabe wurde so eingestellt, dass die Filtrationsvorrichtung vollständig mit Dampf gefüllt war und neben Kondensat stets etwas Dampf wieder aus der Vorrichtung austrat.

Nach 60 h (Erfahrungswert) wurde die Wasserdampf-Zufuhr unterbrochen, der Filter geöffnet und die Filterkerzen entnommen. Sowohl die Gehäusewandungen einschliesslich der Wärmtauscherrohre als auch die Filterkerzen waren frei von Polymer und lediglich mit einem dünnen schlammartigen Belag bedeckt, der mühelos mittels einer Wasserstrahldüse abgespült werden konnte. Danach waren Gehäuse und Filterkerzen metallisch rein und konnten nach Überprüfung der Filterkerzen auf gleichmässige Durchlässigkeit und auf Druckverlust erneut zur Polymerfiltration eingesetzt werden.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2



Handwritten marks and symbols in the top right corner, including a small '4' and some illegible scribbles.



## Claims

1. Verfahren zur hydrolytischen Reinigung einer verunreinigten, mehrere Filterkerzen enthaltenden und zuvor zur Filtration von Polymerschmelze bei der Temperatur  $t_p$  benutzten Filtrationsvorrichtung, dadurch gekennzeichnet, dass

- a) ein Teil der in der Filtrationsvorrichtung verbliebenen Polymerschmelze bei einer Temperatur gleich  $t_p - 10$  DEG C bis  $t_p + 10$  DEG C aus der Vorrichtung abgelassen wird,
- b) der restliche Teil der Polymerschmelze mit Hilfe von kontinuierlich zu- und abgeführtem Wasserdampf bei einer Temperatur gleich  $t_p$  bis  $t_p + 35$  DEG C während mindestens 48 h hydrolysiert wird, und die Hydrolyseprodukte aus der Filtrationsvorrichtung ausgetragen werden, und
- c) die danach verbleibenden Verunreinigungen durch Absprühen oder Abspülen mit einer Flüssigkeit entfernt werden.

2. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperaturen der Stufen a) und b) 320 DEG C nicht überschreiten.

3. Verfahren gemäss Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass Stufe a) unter Inertgas-Atmosphäre erfolgt.

4. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Flüssigkeit der Stufe c) Wasser ist.

5. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Polymerschmelze eine Polyester-, Polyamid- oder Polycarbonat-Schmelze ist.

6. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass dem Wasserdampf der Stufe b) der Dampf eines der Polymerschmelze zugrundeliegenden Monomers beigemischt ist.

7. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Filtrationsvorrichtung im wesentlichen aus einem Rohrbündelwärmetauscher mit in jedem Wärmetauscherrohr je einer, unter Ausbildung eines Ringspaltes eingesetzten und über eine lösbare Verbindung am oberen Ende befestigten Filterkerze sowie Kanälen für Polymerschmelze-Nebenströme besteht.

8. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass nach Stufe b) die Filterkerzen der Filtrationsvorrichtung entnommen werden und sowohl das Filtrationsgehäuse als auch jede einzelne Filterkerze separat der Stufe c) unterworfen wird.

9. Verfahren gemäss Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass nach Stufe a) die Verbindung jeder einzelnen Filterkerze gelöst wird, und die Filterkerzen während Stufe b) lose in dem jeweiligen Wärmetauscherrohr hängen.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2



11-11-11



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 196 49 013 A 1**

⑤1 Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**B 29 B 13/10**  
B 29 C 47/68

②1 Aktenzeichen: 196 49 013.8  
②2 Anmeldetag: 27. 11. 96  
④3 Offenlegungstag: 28. 5. 98

DE 196 49 013 A 1

⑦1 Anmelder:  
Zimmer AG, 60388 Frankfurt, DE

⑦2 Erfinder:  
Tersi, Paul, 63674 Altenstadt, DE; Stakalies, Klaus,  
60318 Frankfurt, DE; Cermak, Dieter, 61381  
Friedrichsdorf, DE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

⑤4 Verfahren zur Reinigung einer Polymerschmelze-Filtrationsvorrichtung

⑤7 Verfahren zur hydrolytischen Reinigung einer verunreinigten, mehrere Filterkerzen enthaltenden und zuvor zur Filtration von Polymerschmelze bei der Temperatur  $t_p$  benutzten Filtrationsvorrichtung, wobei ein Teil der in der Filtrationsvorrichtung verbliebenen Polymerschmelze bei  $t_p - 10^\circ\text{C}$  bis  $t_p + 10^\circ\text{C}$  aus der Vorrichtung abgelassen wird, der restliche Teil mit Hilfe von Wasserdampf bei  $t_p$  bis  $t_p + 35^\circ\text{C}$  während mindestens 48 h hydrolysiert wird und die danach verbleibenden Verunreinigungen durch Absprühen oder Abspülen entfernt werden.

DE 196 49 013 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur hydrolytischen Reinigung einer verunreinigten, mehrere Filterkerzen enthaltenden und zuvor zur Filtration von Polymerschmelze, insbesondere Polyester-, Polyamid- oder Polycarbonat-Schmelze, benutzten Filtrationsvorrichtung.

Steigende Anforderungen an die Qualität von Polymerprodukten haben die Feinstfiltration der Polymerschmelze zu einer notwendigen Prozeßstufe werden lassen. Hierfür werden bekannterweise zylindrische Filterelemente, sogenannte Filterkerzen, aus gefalteten, flexiblen Materialien, wie Metalldrahtgewebe und Metallfaservliese, mit einer Filterfeinheit von je nach Verwendung des Polymers 5 bis 150 µm eingesetzt. Der Durchsatz großtechnischer Anlagen erfordert eine Vielzahl von Filterkerzen, die entweder zu einem in ein beheiztes Druckgefäß eingesetzten Filterpaket zusammengefaßt sind (Chemiefasern/Textilindustrie [Nov. 1989], Seiten 1171-74, sowie Filtration & Separation Vol. 26/1 [1989], Seiten 43-45) oder einzeln in je ein Wärmetauscherrohr eines Rohrbündelwärmetauschers eingesetzt sind (US-Patente 5 456 828 und 5 484 539).

Je nach Häufigkeit von vernetzten oder verackerten Produkten und gegebenenfalls von Pigment-Agglomeraten in der Polymerschmelze setzt sich die Filterfläche der Filterkerzen allmählich zu, so daß eine Reinigung der Filtrationsvorrichtung und insbesondere der Filterkerzen erforderlich wird. Diese Reinigung erfolgt bekannterweise mit nur mäßigem Erfolg durch thermische Oxidation bei Temperaturen von mindestens 420°C oder mit besserem Wirkungsgrad durch thermische Oxidation mit vor- oder nachgeschalteter Wasserdampf-Hydrolyse bei 420 bis 480°C (Proceedings, International Polymer Melt Filtration Conference, Stuttgart/DE, October 29-31, 1996, Seite 94-99). Die für eine ausreichende Reinigung erforderlichen, hohen Temperaturen, die nahe an der thermischen Belastbarkeitsgrenze der Filterkerzen liegen, führen jedoch, insbesondere in Verbindung mit dem zur Oxidation notwendigen Sauerstoff und der dabei zusätzlich freigesetzten Wärme, zu einer vor-schnellen Zerstörung der äußerst feinen Metalldrahtgewebe oder Metallfaservliese der Filterkerzen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist daher, ein Verfahren zur Reinigung einer Polymerschmelze-Filtrationsvorrichtung aufzuzeigen, welches eine ausreichende Reinigung bei gleichzeitig längerer Lebensdauer der Filterkerzen, als bei den bekannten Verfahren, gewährleistet. Das Verfahren sollte bei Polyester-, Polyamid- oder Polycarbonat-Schmelze-Filtern anwendbar sein.

Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt erfindungsgemäß durch ein Verfahren gemäß den Angaben der Patentansprüche. Dieses Verfahren zur Reinigung einer zuvor zur Filtration von Polymerschmelze bei der Temperatur  $t_p$  benutzten Filtrationsvorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, daß

- a) ein Teil der in der Filtrationsvorrichtung verbliebenen Polymerschmelze bei einer Temperatur gleich  $t_p$  10°C bis  $t_p + 10^\circ\text{C}$  aus der Vorrichtung abgelassen wird,
- b) der restliche Teil der Polymerschmelze mit Hilfe von kontinuierlich zu- und abgeführtem Wasserdampf bei einer Temperatur gleich  $t_p$  bis  $t_p + 35^\circ\text{C}$  während mindestens 48 h hydrolysiert wird, und die Hydrolyseprodukte aus der Filtrationsvorrichtung ausgetragen werden, und
- c) die danach verbleibenden Verunreinigungen durch Absprühen oder Abspülen mit einer Flüssigkeit entfernt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist anwendbar bei mit hydrolysierbaren Polymeren, wie Polyester, insbesondere Polyethylenterephthalat, Polyamide, insbesondere Polyamid -6 oder -6.6, oder Polycarbonat verunreinigten Filtrationsvorrichtungen. Je nach Polymer liegt die Temperatur  $t_p$ , bei der die Filtration der Polymerschmelze erfolgt ist, bei etwa 250 bis 285°C. Bei kontinuierlichen Produktionsanlagen sind üblicherweise zwei gleiche Filtrationsvorrichtungen parallel geschaltet, wobei in der einen Vorrichtung die Filtration durchgeführt wird, während die andere Vorrichtung gereinigt wird. Da die Laufzeit einer Filtrationsvorrichtung bis zur Notwendigkeit einer Reinigung mindestens eine, eher zwei bis drei Wochen beträgt, steht für die Reinigung eine ebenso lange Zeit zur Verfügung, ohne Beeinträchtigung der Produktion.

Die zu reinigende Filtrationsvorrichtung kann während der Reinigung in der Produktionsanlage verbleiben, wobei lediglich durch entsprechende Ventilschaltung oder anderweitige Unterbrechung die Leitungen für die Polymerschmelze-Zufuhr und -Abfuhr abgekoppelt werden. Die Vorrichtung wird in gleicher Weise weiterbeheizt, wie während des Filtrationsvorganges, so daß ein wesentlicher Teil der in der Vorrichtung verbliebenen Polymerschmelze von selbst durch eine entsprechende Bodenöffnung aus der Vorrichtung abfließt. Während des Ablassens sollte die Temperatur der Polymerschmelze nicht wesentlich von der Temperatur, bei der die Filtration ausgeführt wird, abweichen. Vorzugsweise erfolgt das Ablassen unter Inertgas-Atmosphäre, zum Beispiel Stickstoff. Auf diese Weise wird das Filterkerzen-Gewebe vor thermo-oxidativer Schädigung bewahrt und die Bildung schwerer zu hydrolysierender Polymer-Vernetzungsprodukte vermieden. Grundsätzlich sind etwas höhere Temperaturen bis maximal 320°C und/oder das Arbeiten ohne Inertgas-Atmosphäre möglich, aber weniger empfehlenswert. Die Polymerschmelze kann auch mit Gas aus der Vorrichtung herausgedrückt werden.

Nachdem ein wesentlicher Teil der Polymerschmelze aus der Vorrichtung abgelassen wurde, wozu üblicherweise 5 bis 8 h erforderlich sind, und eine eventuelle Inertgas-Zufuhr unterbrochen wurde, beginnt die Hydrolyse des verbliebenen Polymers. Hierzu wird Wasserdampf kontinuierlich durch die bei einer Temperatur gleich  $t_p$  bis  $t_p + 35^\circ\text{C}$ , maximal 320°C, gehaltene Vorrichtung geleitet. Die hierfür benötigte Dampfmenge ist gering. Es genügt, soviel Wasserdampf zirkulieren zu lassen, daß die Filtrationsvorrichtung vollständig mit Dampf gefüllt ist und stets ein wenig Dampf neben Kondensat aus der Vorrichtung wieder austritt. Beispielsweise kann 6 bar Dampf, der in derartigen Produktionsanlagen meist ohnehin verfügbar ist, entsprechend entspannt werden, vorzugsweise bis auf 100 bis 200 mbar Überdruck, und dann durch die Filtrationsvorrichtung geleitet werden, wobei er sich bis auf Hydrolyse-Temperatur überhitzt. Statt Wasserdampf kann auch ein Gemisch aus Wasserdampf und dem Dampf eines dem Polymer zugrundeliegenden Monomers, beispielsweise bei Polyethylenterephthalat Ethylenglykol, eingesetzt werden. Sicherheits-technische (Brennbarkeit) und umwelttechnische (Abwasser) Belange sind hierbei aber zu beachten.

Die Hydrolyseprodukte, d. h. die Spaltprodukte des Polymers, wie Oligomere, Monomere und deren Zersetzungsprodukte, werden teils zusammen mit dem Wasserdampf, teils als flüssiges Gemisch zusammen mit dem Kondensat am Boden der Filtrationsvorrichtung ausgetragen.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß entgegen bisheriger Kenntnisse für die Hydrolyse Temperaturen von maximal 320°C, vorzugsweise maximal 300°C, und je nach Polymer gleich  $t_p$  bis  $t_p + 35^\circ\text{C}$ , vorzugsweise gleich  $t_p$  bis  $t_p + 15^\circ\text{C}$ , völlig ausreichen. Nach einer Hydrolysedauer von

mindestens 48 h, vorzugsweise 48 bis 72 h, maximal etwa 150 h, sind die gesamten Polymerrückstände vollständig hydrolysiert. Die verbleibenden Verunreinigungen können danach durch Absprühen oder Abspülen leicht entfernt werden. Eine zusätzliche oxidative Reinigung, wie bei dem Verfahren des Standes der Technik, ist nicht erforderlich und wird mit Rücksicht auf die Lebensdauer des Filterkerzengewebes ausdrücklich ausgeschlossen.

Zum Absprühen oder Abspülen der verbleibenden Verunreinigungen, vorwiegend Mattierungsmittel, Pigmente und vernetztes Polymer, kann jede beliebige Flüssigkeit verwendet werden. Aus Kostengründen und wegen der einfacheren Entsorgung kommt in der Praxis nur Wasser in Betracht. Da die Filterkerzen üblicherweise nach der Reinigung und vor der Wiederbenutzung einigen Qualitätsprüfungen unterworfen werden und hierfür ausgebaut werden müssen, empfiehlt es sich die Filterkerzen bereits nach der Hydrolysestufe auszubauen und Filtergehäuse und jede einzelne Filterkerze separat abzusprühen oder abzuspülen. Auf diese Weise wird sichergestellt, daß die Filterkerzen schonend und vollständig von Rest-Verunreinigungen befreit werden. Das Absprühen oder Abspülen erfolgt vorzugsweise mit handelsüblichen Hochdruckvorrichtungen. Die danach anhaltende Flüssigkeit wird durch Abblasen oder vorzugsweise durch bloße Lagerung an der Luft entfernt.

Nach Prüfung der Filterkerzen und erneutem Einbau dieser ist die Filtrationsvorrichtung für den Wiedereinsatz zur Polymerschmelze-Filtration bereit.

Besonders geeignet ist das erfindungsgemäße Verfahren für Filtrationsvorrichtungen, wie die im US-Patent 5 456 828 beschriebene. Diese Filtrationsvorrichtung besteht im wesentlichen aus einem Rohrbündelwärmetauscher mit in jedem Wärmetauscherrohr je einer, unter Ausbildung eines Ringspaltes eingesetzten und über eine lösbare Verbindung am oberen Ende befestigten Filterkerze sowie Kanälen für Polymerschmelze-Nebenströme. Um sicherzustellen, daß in diesem Fall auch die lösbare Verbindung (Gewinde oder Bajonett) vollständig gereinigt wird, empfiehlt es sich, diese Verbindung vor der Hydrolysestufe zu lösen und die Filterkerzen lose in die Wärmetauscherrohre einzuhängen.

### Beispiel

Eine mit 0,35 Gew.-% Titandioxid mattierte Polyethylenterephthalat-Schmelze (Intrinsische Viskosität 0,65 dl/g) wurde vor Eintritt in eine Schmelzspinnanlage mit Hilfe einer Filtrationsvorrichtung nach US-Patent 5 456 828 mit 37 Filterkerzen (15 µm, Fläche pro Kerze 0,51 m<sup>2</sup>) bei etwa 283°C kontinuierlich filtriert. Nach etwa 2,5wöchiger Betriebszeit wurde eine Reinigung der Filtrationsvorrichtung erforderlich.

Die zu filtrierende Polymerschmelze wurde nun in die saubere, gleichartige, parallele Filtrationsvorrichtung geleitet und die verunreinigte Filtrationsvorrichtung unter Beschleunigung mit etwa 100 mbar Überdruck Stickstoff entleert. Die Heizleistung wurde hierbei gegenüber der Filtrationsstufe nicht verändert, so daß sich in der Vorrichtung eine mit fortschreitender Entleerung bis auf etwa 288°C ansteigende Temperatur einstellte.

Nach 8stündiger Entleerung wurde die Stickstoff-Beschleunigung abgestellt, der Filterdeckel geöffnet, die Verschraubung der Filterkerzen gelöst, ohne die Filterkerzen zu entnehmen, und danach die Filtrationsvorrichtung wieder verschlossen. Nunnmehr wurde von oben nach unten kontinuierlich auf etwa 150 mbar entspannter 6 bar-Wasserdampf durch die Filtrationsvorrichtung geleitet, wobei die Temperatur im Filter etwa 295°C betrug. Die Wasserdampfzufuhr wurde so eingestellt, daß die Filtrationsvorrichtung vollstän-

dig mit Dampf gefüllt war und neben Kondensat stets etwas Dampf wieder aus der Vorrichtung austrat.

Nach 60 h (Erfahrungswert) wurde die Wasserdampf-Zufuhr unterbrochen, der Filter geöffnet und die Filterkerzen entnommen. Sowohl die Gehäusewandungen einschließlich der Wärmetauscherrohre als auch die Filterkerzen waren frei von Polymer und lediglich mit einem dünnen schlammartigen Belag bedeckt, der mühelos mittels einer Wasserstrahldüse abgespült werden konnte. Danach waren Gehäuse und Filterkerzen metallisch rein und konnten nach Überprüfung der Filterkerzen auf gleichmäßige Durchlässigkeit und auf Druckverlust erneut zur Polymerfiltration eingesetzt werden.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur hydrolytischen Reinigung einer verunreinigten, mehrere Filterkerzen enthaltenden und zuvor zur Filtration von Polymerschmelze bei der Temperatur  $t_p$  benutzten Filtrationsvorrichtung, **dadurch gekennzeichnet**, daß

a) ein Teil der in der Filtrationsvorrichtung verbliebenen Polymerschmelze bei einer Temperatur gleich  $t_p - 10^\circ\text{C}$  bis  $t_p + 10^\circ\text{C}$  aus der Vorrichtung abgelassen wird,

b) der restliche Teil der Polymerschmelze mit Hilfe von kontinuierlich zu- und abgeführtem Wasserdampf bei einer Temperatur, gleich  $t_p$  bis  $t_p + 35^\circ\text{C}$  während mindestens 48 h hydrolysiert wird, und die Hydrolyseprodukte aus der Filtrationsvorrichtung ausgetragen werden, und

c) die danach verbleibenden Verunreinigungen durch Absprühen oder Abspülen mit einer Flüssigkeit entfernt werden.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperaturen der Stufen a) und b)  $320^\circ\text{C}$  nicht überschreiten.

3. Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß Stufe a) unter Inertgas-Atmosphäre erfolgt.

4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit der Stufe c) Wasser ist.

5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymerschmelze eine Polyester-, Polyamid- oder Polycarbonat-Schmelze ist.

6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß dem Wasserdampf der Stufe b) der Dampf eines der Polymerschmelze zugrundeliegenden Monomers beigemischt ist.

7. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Filtrationsvorrichtung im wesentlichen aus einem Rohrbündelwärmetauscher mit in jedem Wärmetauscherrohr je einer, unter Ausbildung eines Ringspaltes eingesetzten und über eine lösbare Verbindung am oberen Ende befestigten Filterkerze sowie Kanälen für Polymerschmelze-Nebenströme besteht.

8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß nach Stufe b) die Filterkerzen der Filtrationsvorrichtung entnommen werden und sowohl das Filtrationsgehäuse als auch jede einzelne Filterkerze separat der Stufe c) unterworfen wird.

9. Verfahren gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß nach Stufe a) die Verbindung jeder einzelnen Filterkerze gelöst wird, und die Filterkerzen während Stufe b) lose in dem jeweiligen Wärmetauscherrohr hängen.

- Leerseite -